⑲ 日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

@ 公 開 特 許 公 報 (A) 平3-68550

®Int. Cl. ⁵

4, 4, 4,

識別記号

庁内整理番号

❸公開 平成3年(1991)3月25日

C 07 C 311/03 A 01 N 41/06 43/08 8217-4H B 8930-4H F 8930-4H ×

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全13頁)

◎発明の名称 含フツ素スルホンアミド誘導体および殺虫、殺ダニ剤

②特 願 平1-206276

20出 願 平1(1989)8月9日

 ⑩発 明 者 森
 馨 埼玉県川越市岸町1-3-5

 ⑩発 明 者 古 俣 武 夫 埼玉県川越市東田町11-19

70発 明 者 玉 井 良 一 埼玉県上福岡市南台1-6-8

@発 明 者 村 上 加 寿 子 埼玉県所沢市下安松691

@発明者多田修靜岡県小笠郡菊川町加茂1802番地

⑩出 願 人 セントラル硝子株式会 山口県宇部市大字沖宇部5253番地

社

⑪出 願 人 クミアイ化学工業株式 東京都台東区池之端1丁目4番26号

会社

砂代理人 弁理士 坂本 栄一 最終頁に続く

明 福 書

1. 発明の名称

含フッ素スルホンアミド誘導体および殺虫、殺 ダニ剤

2. 特許請求の範囲

(1) 一般式

【式中、R¹ はC₁ ~ C₄ のアルキル基、ハロアルキル基、チェニル基および式 → X m (ここで X は水素、ハロゲン、C₁ ~ C₄ のアルキル基、ハロアルキル基、アルコキシ基、ニトロ基およびシアノ基を示し、mは1~2を示す。)を示し、R² はC₁ ~ C₄ のアルキル基、アルキニル基、ハロアルキル基、シクロアルキル基、ベンジルオ

) キシ基、ベンゼンスルホニル基および式 - C - R³ (ここでR³ はCı ~ C。のアルキル基、アルキ エル基、ハロアルキル基、シクロアルキル基、ハロアルキルシクロアルキル基、ベンジル基、ハロベンジル基、C1~Ceのアルコキシ基、アルケニルオキシ基、フェノキシ基、アニリノ基、ピリジル基、ハロピリジル基、ナフチル基、フリル基および式 Yn (ここでYは水素、ハロゲン、C1~C4のアルキル基、アルコキシ基、ハロアルキル基、アミノ基、ニトロ基およびシアノ基を示し、nは1~2を示す。)を示す。)を示す。]

(2) 一 松 式

$$R^{1} - SO_{2} - N$$
 R^{2}
(1)

【式中、R¹ はC₁ ~ C₄ のアルキル基、ハロアルキル基、チェニル基および式 → X m (ここで X は水素、ハロゲン、C₁ ~ C₄ のアルキル基、ハロアルキル基、アルコキシ基、ニトロ基およびシアノ基を示し、mは1~2を示す。)を示し、R² はC₁ ~ C₄ のアルキル基、アルキニル基、

ハロアルキル基、シクロアルキル基、ベンジルオ

シ基、ベンゼンスルホニル基および式ー R 2 (ここでR 2 はC 1 ~ C e のアルキル基、アルキニル基、ハロアルキル基、シクロアルキル基、ハロアルキル基、ベンジル基、ハロアルキル基、ベンジル基、アルケニルオキシ基、フェノキシ基、アニリノ基、フェノキシ基、フェリノ基、カロピリジル基、ナフチル基、フリル基および、アルコキシ基、ハロアルキル基、アルコキシ基、ハロアルキル基、アミノ基、ニトロ基およびシアノ基を示し、ロは1~2を示す。)を示す。)を示す。〕にて示される含フッ素スルホンアミド誘導体を有効成分として含有することを特徴とする致虫、殺ダニ剤。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、新規な合フッ素スルホンアミド誘導 体およびそれを有効成分とするこん虫類、ダニ類 等の有害生物の防除剤に関する。

「従来の技術し

従来から種々のスルホンアミド誘導体が有害生物防除剤として報告されている。例えば、特公昭46-28014号公報にはクロルメタンスルホンアミドがハダニ類に有用であることが開示されており、また、特開昭54-61147号公報、特開昭55-38354号公報および特開昭63-45205号公報にもダニ類に有用であることが開示されている。

また、含フッ素化合物では特開昭63-227552 号公報に、一般式:

[発明が解決しようとする問題点]

本発明者らは、この浸透移行性を活用した土壌

処理において有効に有害生物を防除できる薬剤を 開発すべく鋭意研究を重ねた結果、以下の一般式 (!)に示される化合物に高い浸透移行性を有す ることを見いだし、本発明を完成するに到った。 【問題点を解決するための手段】

本発明は、一般式(I)

$$R^{1} - SO_{2} - N$$

$$Q = \frac{C H_{2} C H_{2} P}{R^{2}}$$

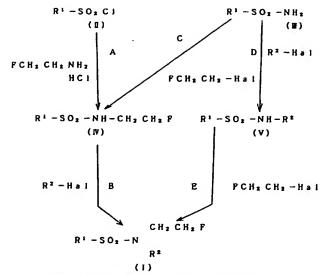
$$(1)$$

【式中、R¹はC₁~C₄のアルキル基、ハロアルキル基、チェニル基および式→ Xm(ここでXは水素、ハロゲン、C₁~C₄のアルキル基、ハロアルキル基、アルコキシ基、ニトロ基およびシアノ基を示し、mは1~2を示す。)を示し、R²はC₁~C₄のアルキル基、アルキニル基、ハロアルキル基、シクロアルキル基、ベンジルオ

||. キシ基、ベンゼンスルホニル基および式 - C - R ³ (ここで R ³ は C ₁ ~ C ₈ のアルキル基、アルキニル基、ハロアルキル基、シクロアルキル基、ハ ロアルキルシクロアルキル基、ベンジル基、ハロベンジル基、Ci~Coのアルコキシ基、アルケニルオキシ基、フェノキシ基、アニリノ基、フリル基、カロピリジル基、ナフチル基、フリル基はび式、Ci~Coのアルキル基、アルコキシ基、ハロアルキル基、アミノ基、ニトロ基およびシアノ基を示し、ロは1~2を示す。)を示す。)を示す。〕にて示される新規な合うファ素スルホンアミド誘導体およびこの化合物を有効成分とする有害生物助験剤を提供するものである。

本発明の式 (j) の化合物は次のいずれかの反応工程に従って製造することができる。

(以下食自)



 $(R^1 \times R^2$ は前紀同様の意味を表わし、Halkney と変わす。)

A、B、C、D、Eの各反応段階では塩基を使用する。使用する塩基としては、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム等のアルカリ金属ないしアルカリ土類金属水酸化物、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム等のアルカリ金属水酸化物等の無機とない。水素化リチウム、水素化ナトリウム、水素化カリウム等のアルカリ金属水素化物等の無機とある。とかできる。というシャのアミン類を挙げることができる。

A、B、C、D、Eの各反応の実施に当たってては溶媒を用いることが好ましく、溶媒としてはアセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、ヘキサント、酢酸エチル等のエステル類、ヘキサンロスン等の炭化水素系溶媒、クロロメタン、四塩化炭素等のハロゲン系溶媒、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルルストリアミド等の非プロトン系溶媒、ジエチルエーテル、ジメトキシエタン、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶媒等がある。

工程1 (A-B)

一般式(II)で扱わされるスルホニルクロリド 誘導体をモノフルオロエチルアミン塩酸塩と反応 させ、一般式(IV)で扱わされるN~モノフルオ ロエチルスルホンアミド誘導体を得る。次いで化 合物(IV)をアルキルハライドあるいはアシルハ ライドと反応させて、化合物(I)を合成する。 工程2 (C-B)

一般式 (四) で表わされるスルホンアミド誘導体をモノフルオロエチルハライドと反応させ、化合物 (Ⅳ) を工程 1 と同様にハライドと反応させて、化合物 (I) を合成する。

工程3 (D-E)

化合物(ロ)をアルキルハライドあるいはアシルハライドと反応させて、一般式(V)で表わされるNーアルキル(あるいはNーアシル)スルホンアミド誘導体を得る。化合物(V)をモノフルオロエチルハライドと反応させ、化合物(I)を合成する。

A、B、C、D、Eの各反応は0℃ないし溶媒の選流温度で円滑に進行する。

次に参考例および実施例を挙げ本発明をさらに 詳細に説明する。

参考例 1

N-(2-7あオロエチル)-3-トルエンスルキンアミト*の合成

2-フルオロエチルアミン塩酸塩1.50g(15ミリモル)を塩化メチレン10mlに軽濁し、トリエチルアミン4.6ml(33ミリモル)を添加した。氷冷下、塩化m-トルエンスルホニル2.86g(15ミリモル)を塩化メチレン10mlに溶解し、滴下した。滴下した。滴下後、室温まで昇温し、一晩攪拌した。反応後、水洗し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。溶蝶を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(塩化メチレン/n-ヘキサン=1/1)で精製し、N-(2-フルオロエチル)-3-トルエンスルホンアミド(2.6g、収率79.8%)を淡黄色粘稠体として得た。計-NMR(CDC1a):

2.42(s,3H),3.25(d-d-t,J=27Hz,J=6Hz,J=5Hz,
 2H),4.44(d-t,J=48Hz,J=5Hz,2H),5.36(broad t,

J=6Hz.1H).7.3-7.85(m.4H)

台考例 2

N-(2-7あオロエチル)-3-7ルオロヘ・ンセンスルキンアミト・ の合成

2-フルオロエチルアミン塩酸塩1.50g(15ミリモル)を塩化メチレン10㎡に懸温し、トリエチルアミン4.6㎡(33ミリモル)を添加した。氷冷下、塩化3-フルオロベンゼンスルホニル2.92g(15ミリモル)を塩化メチレン10㎡に溶解し、満下した。減下後、窒温まで昇温し、一覧機拌した。反応後、水洗し、無水磁酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣を酢酸エチル/ローへキサンより結晶化させた。結晶をローへキサンで洗浄した後乾燥し、N-(2-フルオロエチル)-3-フルオロベンゼンスルホンアミド(2.81g、収率84.7%)を得た。

融点:76~77で

H -NHR (CDC1a):

8 3.34(d-d-t,J=27Hz,J=6Hz,J=5Hz,2H).4.46(d-t,J=48Hz,J=5Hz,2H),5.13(broad t,J=6Hz, 1H).7.15-7.8(m.4H)

実施例1(化合物1)

<u>H-(2-フルネロエチル)-H-ペンソ゚イル-3-フルネロペンセ゚ンスルネンアミト゚</u>実施例3(化合物3)

H -NHR (CDC1a):

8 4.16(d-t, J=24Hz, J=5Hz, 2H), 4.59(d-t, J=47Hz, J=5Hz, 2H), 7.15~7.8(m, 9H)

60% 袖性水素化ナトリウム 0.25 g (6.3ミリモル)を乾燥 T H P 5 ml に懸濁した。この懸濁液に N-(2-フルオロエチル)-3-トルエンスルホンアミド1.2 g (5.5ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に溶解し、滴下した。室温で1時間 微搾し、ナトリウム塩を調製した。これに塩化ベンゾイル 0.77 g (5.5ミリモル)を乾燥 T H P 5 ml に溶解し、滴下した。室温で一晩 機搾した。溶媒を留去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた後、酢酸エチルで抽出し、水洗した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(塩化メチレン/n-ヘキサン=1/1)で精製し、N-(2-フルオロエチル)-N-ベンゾイル

N-(2-7あオロエチあ)-N-ペンソ゚イル-3-トルエンスルホンアミト゚の合成

H-NMR (CDCl3):

%)の無色粘稠体を得た。

δ 2.32(s,3H),4.15(d-t,J=23Hz,J=5Hz,2H),4.56 (d-t,J=48Hz,J=5Hz,2H),7.2~7.7(m,9H)

-3- トルエンスルホンアミド (1.35g、収率76.4

実施例2 (化合物2)

60% 油性水素化ナトリウム0.30g(7.5ミリモル) を乾燥THF30mに懸濁した。この懸濁液にN-(2 - フルオロエチル)-2-トリフルオロメチルベンゼ ンスルホンアミド1.80g (7ミリモル)を乾燥で HP10型に溶解し、滴下した。室温で1時間微拌 し、ナトリウム塩を調製した。これに塩化ベンゾ イル0.98g (7ミリモル)を乾燥THP10㎡に溶 解し、滴下した後室温で一晩攪拌した。溶媒を留 去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた後、酢酸 エチルで抽出し、水洗した後、無水硫酸マグネシ ウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲ ルカラムクロマトグラフィー (塩化メチレン/n-ヘキサン=3/1)で特製し、N-(2- フルオロエ チル)-N- ペンゾイル-2- トリフルオロメチルベ ンゼンスルホンアミド (1.5 g、収率57.2%) の 無色結晶を得た。

融点:89.5~90.5℃

H -NHR (CDCla):

8 4.0~5.0(m,4H),7.2~8.3(m,9H)

宴施例4(化合物4)

• • • • • • •

N-(2-7##ロエチル)-N-(3-7ル#ロハ*ソリ*イル)-ハ*ソセ*ソスル#ン7ミ ト*の合成

ベンゼンスルホンアミド (1.96g、収率71.3%) の無色粘稠体を得た。

H -NMR (CDCla):

δ 4.2(d-t, J=24Hz, J=5Hz, 2H), 4.6(d-t, J=48Hz, J=5Hz, 2H), 7.05~7.55(m,6H), 7.75~8.1(m,2H)

実施例6(化合物6)

N-(2-75オロエチル)-N-ペンソ゚イル-トリアルオロメタンスルホンアミト゚の 合成

H -NMR (CDCla):

 δ 4.02(t,J=5Hz,1H),4.2~4.4(m,2H),4.84(t,J=5Hz,1H),7.0~7.95(m,9H)

実施例5(化合物5)

N-(2-7あキロエチル)-N-(3-7ルキロハ*ンソ*イル)-4-7ルキロハ*ンセ*ンスルキンアミト*の合成

60% 油性水素化ナトリウム 0.38 g (9.6ミリモル)を乾燥 T H P 20 ml に懸濁した。この懸濁液に N-(2-フルオロエチル)-4-フルオロベンゼンスルホンアミド 1.77 g (8ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に溶解し、滴下した。室温で1時間 競神し、ナトリウム塩を調製した。これに塩化3-フルオロベンゾイル1.27 g (8ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に溶解し、滴下した後室温で一晩 機神した。溶媒を留去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた後、酢酸エチルで抽出し、水洗した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(塩化メチレン/n-ヘキサン=3/1)で精製し、N-(2-フルオロエチル)-N-(3-フルオロベンゾイル)-4-フルオロ

1 / 5) で特製し、N-(2- フルオロエチル) -N-ベンゾイル)-トリフルオロメタンスルホンアミド(1.14g、収率70.5%) の無色結晶を得た。

融点:50~51.5℃

H -NMR (CDCIa):

δ 4.03-4.90(m.4H),7.33-7.83(m,5H)

実施例7(化合物7)

N-(2-7ルオロエチル) N-アセチル-ペンセ゚ンスルホンアミト゚の合成

60% 油性水素化ナトリウム 0.29 g (7.2ミリモル)を乾燥 THP 10 ml に 懸濁した。この 懸濁液に N-(2-フルオロエチル) で 乾燥 THP 10 ml に 溶解し、 液 下 (6ミリモル)を乾燥 THP 10 ml に 溶解し、 液 下 した。 室温で 1 時間 伊 に 、 ナトリウム 塩 を 記した。 これに 塩化 アセチル 0.47 g (6ミリモル)を乾燥 THP 10 ml に 溶解し、 液 下 した 後 定 で 中 改 複 で した。 溶媒を 智 去し、 塩化 アンモニウム た 後 液 液 を 加えた 後、 酢酸 エチルで 協場した。 溶媒を 習 まし、 残渣を シリカゲルカラムクロマトグラフィー (塩化メチレン / n-へキサン= 1 / 1) で 精製

し、N-(2- フルオロエチル)-N-アセチル- ベンゼンスルホンアミド (0.69g、収率46.9%) の無色粘稠体を得た。

H -NMR (CDC1:):

δ 2.3(s,3H),4.18(d-t,J=23Hz,J=5Hz,2H),4.63 (d-t,J=48Hz,J=5Hz,2H),7.4~8.1(s,5H)

実籍例8(化合物8)

N-(2-75キロエチを)-N-(2-7*ロモ-n-7*fリを)-ペンセ゚ンスルキン7 ミト゚の合成

60% 油性水素化ナトリウム 0.24g (6ミリモル)を乾燥 T H P 10 m に懸濁した。この懇濁液に N-(2-フルオロエチル) ベンゼンスルホンアミド1.02g (5ミリモル)を乾燥 T H F 10 m に溶解し、清下した。室温で 1 時間提拌し、ナトリウム塩を調製した。これに臭化 2-ブロモーローブチリル 1.15g (5ミリモル)を乾燥 T H F 10 m に溶解し、滴下した後室温で一晩攪拌した。溶媒を留去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた後、酢酸エチルで抽出し、水洗した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムク

ロマトグラフィー (塩化メチレン/n-ヘキサン= 1 / 1) で精製し、N-(2- フルオロエチル)-N-(2 - ブロモ-n- ブチリル)-ベンゼンスルホンアミド (1.1g、収率62.5%) の無色粘稠体を得た。

H-NMR (CDC1:):

δ 0.9(t, J=7Hz, 3H), 2.0(m, 2H), 4.2(m, 1H), 4.8 (t, J=7Hz, 1H), 4.98(m, 1H), 7.5~8.2(m, 5H)

実施例9 (化合物9)

N-(2-フルオロエタル)-N-ニコタニルペンセ゚ンスルキンアミト゚ の合成

60%油性水素化ナトリウム 0.32 g (7.7ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に懸溺した。この懸濁液に N-(2-フルオロエチル) ベンゼンスルホンアミド 1.42 g (7ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に溶解し、滴下した。室温で 1 時間 復拌し、ナトリウム塩を調製した。これにニコチン酸クロリド 0.99 g (7ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に溶解し、滴下した後室温で一晩復拌した。溶媒を留去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた後、酢酸エチルで抽出し、水洗した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマト

グラフィー(塩化メチレン/n-ヘキサン=3/1)で精製し、N-(2- フルオロエチル)-N-ニコチニル- ベンゼンスルホンアミド(0.65 g、収率30.1%)の後費色粘稠体を得た。

H -NNR (CDC1a):

δ 4.21(d-t, J=24Hz, J=5Hz, 2H), 4.67(d-t, J=47 Hz, J=5Hz, 2H), 7.20~8.82(m, 9H)

実施例10(化合物10)

N-(2-7あすロエチル)-N-1-7*ロネ*キシカルネ*ニルーへ*ンセ*ンスルネンアミト*の合成

60% 油性水素化ナトリウム 0.29g(7.2ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に懸濁した。この懸濁液に N-(2-フルオロエチル)ベンゼンスルホンアミド 1.22g(6ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に溶解し、滴下した。室温で 1 時間健伴し、ナトリウム塩を調製した。これにクロルギ酸イソプロピル 0.74g(6ミリモル)を乾燥 T H P 10 ml に溶解し、滴下した後室温で一晩機伴した。溶媒を留去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた後、酢酸エチルで抽出し、水洗した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。

溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(塩化メチレン/n-ヘキサン=3 / 1.5)で精製し、N-(2- フルオロエチル)-N-i-プロポキシカルボニル- ベンゼンスルホンアミド(1.20g、収率69.0%)の無色粘稠体を得た。

H - NMR (CDCia):

δ 1.16(d, J=7Hz, 6H), 4.0-4.3(m, 1H), 4.3-4.8(m, 2H), 4.8-5.6(m, 2H), 7.5-8.6(m, 5H)

実施例11(化合物11)

N-(2-7あオロエチあ)-N-n-7°ロヒ°あ-ペンセ゚ンスあネン7ミト゜の合成

60%油性水素化ナトリウム0.31g (7.7ミリモル)を乾燥 DMF 20ml に懸調した。この懸濁液にN-(2-フルオロエチル)-ベンゼンスルホンアミド1.42g (7ミリモル)を乾燥 DMF 10ml に溶解し、清下した。室温で1時間微拌し、ナトリウム塩を調製した。これに臭化n-プロピル0.86g (7ミリモル)を乾燥 DMF 10ml に溶解し、清下した後60でまで加温し、6時間反応をおこなった。溶媒を留去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた後、塩化メチレンで抽出し、水洗した後、無水硫酸マグネシ

・ ウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(塩化メチレン/n-ハキサン=2/1)で精製し、N-(2-フルオロエチル)-N-n-プロビル-ベンゼンスルホンアミド(1.30g、収率75.7%)の無色粘稠体を得た。

H -NMR (CDCla):

σ 0.87(t,J=7Hz,3H),1.55(t-q,J=7Hz,J=7Hz,2H), 3.02-3.65(m,4H),4.53(d-t,J=48H,J=5Hz,2H), 7.35-8.0(m,5H)

宴施例12(化合物12)

N, N-ヒ*ス-(2-フルオロエチル)-ヘ*ンセ*ンスルホンアミト*の合成

60%油性水業化ナトリウム 0.38 g (9.6ミリモル)を乾燥 D M P 15 ml に懸濁した。この懸濁液に N-(2-フルオロエチル)-ベンゼンスルホンアミド 1.63 g (8ミリモル)を乾燥 D M F 15 ml に溶解し、滴下した。室温で 1 時間微搾し、ナトリウム塩を調製した。これに 1-ブロモ-2-フルオロエタン 1.12 g (8.8ミリモル)を乾燥 D M P 15 ml に溶解し、滴下した後 50でまで加温し、一晩微搾した。反応後、溶媒を留去し、塩化アンモニウム水溶液を加えた

後、酢酸エチルで抽出し、水洗した後、無水磁酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(塩化メチレン/n-ヘキサン=1/1)で精製し、N.N-ピスー(2-フルオロエチル)-ベンゼンスルホンアミド(1.07g、収率53.9%)の無色粘稠体を得た。

H -NMR (CDC1:):

δ 3.53(d-t, J=24Hz, J=5Hz, 4H), 4.55(d-t, J=47 Hz, J=5Hz, 4H), 7.5~8.1(m, 5H)

実施例13~110 (化合物13~110)

同様にして式 (I) の化合物を合成した。 この結果を第1~6衷に示した。

以下全自

第1章 一般式(1) R'-SO₂ N CH₂ CH₃ P (R'-X-〇), R²-CO-〇))

	R, -20*	u, Bs		(R' -X-(C), R' -CO-(C))
実施例 (化合物(0.)		权 率 (%)	数 点 (T)	커-NMR 8배(CDCIs)
13	2-CH ₃	44.0	65-66.5	
14	4-Clb	36.3	86-87	
15 .	2-00%	51.5	oi l	3. 89(a, 30) . 4. 12(d-1, 1-23tz, 1-9tz, 20) . 4.65(d-1, 1-9tz, 1-9tz, 20) . 6.75-7.7(a, 90)
16	3-00%	73.4	oll	3.76(5.31).4.16(4-4.1-2012.1-312.20).4.5(4-4.1-4712.1-312.20).6.95-7.6(4.91)
17	4-00%	64.8	81-64	
18	3-0°s	65.0	of I	4.05-5.02(a, 60 ,7.3-8.3)(a, 90
19	4-OF ₂	90.1	oll	4.2(4七, 上1982, 上922, 26), 4.6(4七, 上(282, 上282, 26), 7.3-7.6(8, 51), 7.75(6, 上982, 26), 8.12(4, 上982, 26)
20	2-#	100	oil	4.21(d-t., 1-23tz, 1-5tz, 20), 4.61(d-t., 1-45tz, 1-5tz, 20), 6.83-7.96(a, 94)
21	4-9	84.9	85-67	
72	2-CI	63.8	106-108	
23	3-а	75.0	oil	4.17(d-1, 1-21th, 1-7th, 20), 4.58(d-1, 1-45th, 1-9th, 20), 7.2-7.9(b.91)
24	4·0	45.0	oi l	4.2(4-4, 1-2492, 1-592, 20), 4.59(4-4, 1-4782, 1-592, 20), 7.3-7.55(4, 51)
25	3-Br	32.4	ofl	4.18(d-t, 1-23th, 1-5th, 28), 4.58(d-t, 1-45th, 1-5th, 20), 7.25-8.03(a.91)
26	4-8r	65.3	102-103.5	
27	4-1	61.8	122-123.5	
28	3-10)2	56.8	oll	4.0-4.3(a, 20).4.61(6-1, 1-39tz, 1-3tz, 20).7.3-8.8(a, 90)
29	3-OI	66.3	65-66.5	
30	4-0t	31.2	106-107.5	
31	2,6-F2	62.4	59.5-61	
32	2,4-Q ₂	60.2	99-101.5	·
33	2,6·0 2	69.5	133.5-135	
34	3,402	65.0	90-92	
35	3.5-Cz	68.0	100-101.5	

実施例 (化合物O.)	R¹	収率 (%)	盘 盘 (T)	H-NMR 8個(CDCis)	
36	ÇL	63.7	oil	4.25(d-t, 1-24tz, 1-9tz, 21). 4.65(d-t, 1-48tz, 1-9tz, 21), 7.10-7.9(a, 81)	
37	CH ₂ -	34.6	oil	3. 20(s. 34) , 3. 20-4. 50(a, 42) , 7.00-8.00(a, 54)	
38	C) C) 2 -	43.5	oil	4. 13(d-t., 1-200z, 1-59z, 26), 4. 55(d-t., 1-469z, 1-59z, 26), 5. 11(s, 31), 7. 35-7. 85(s, 50)	

実施例 (化合物/0.)	Υ	权 率 (%)	直(丁)	H-NMR J值(CDCI:)	
39	2-CH ₃	86.0	oil	2.06(a, 31).4.17(d-t, 1=26/b, 1=5/b, 26).4.57(d-t, 1=48/b, 1=5/b, 26).7.0-7.96(a, 91)	
40	3-0%	81.0	oil	2. 30(s, 30), 4. 20(d-t, J-245z, J-55z, 20), 4. 60(d-t, J-485z, J-53z, 20), 7. 13-8. 00(n, 94)	
41	4-CH ₃	62.0	64-65		
42	4-01(Ol ₂) ₂	46.5	60-64		
ß	3-C(Ol ₂) ₂	44.8	oii	1.27(a.91),3.97~4.95(a.47),7.20-7.95(a.91)	
44	4-C(Clb)a	61.0	65-67		
6	2-00ls	77.0	90-93		
46	3-00k	62.9	91.5-93.5		
47	4-00%	68.0	110-112		
48	4-F	61.5	oi ì	4. 13(d-t, 1-24tz, 1-5tz, 20, 4.57(d-t, 1-47tz, 1-5tz, 20), 6. 85-7.9(a, 91)	
49	3-CI	59.7	oi)	3.95-5.1 (a, 6H), 7.1-8.2 (a, 5H)	
50	4-C)	65.9	69- 72		
51	4-161 ₂	70.5	oi l	4.0-4.9(m, 4t), 6.58(n, 22), 6.93-7.98(n, 9t)	
52	2-NO ₂	53.0	89-90		

第3岁(統合)

実施例 (化合物/0.)	Υ	収率 (%)	点 編 (3)	H-NMR を確(CDC1 ₂)			
53	3-NO ₂	57.0	77-78				
54	4-ND ₂	71.0	119~120				
55	3-OI	69.3	oil	20(d-t, J=24/z, J=5tz, 2t), 4.64(d-t, J=48tz, J=5tz, 2t)7.33-7.83(n, 9t)			
56	4-OI	69.9	oil	4.16(d-t, J=29tz, J=5tz, 2t).4.64(d-t, J=48tz, J=5tz, 2t)7.33-7.88(n, 9t)			
57	3.4+f2	36.4	oil	4.13(d-t, J=24bz, J=5bz, 2h), 4.6(d-t, J=48bz, J=5bz, 2h)6.96-7.95(n, 8h)			
58	3,5 -1 2	48.5	54.5-55				
59	3,4-Cl ₂	53.2	70-71.5				
60	3,5-Cl ₂	48.2	90-90.5				
61	3-C1,4-CH ₃	77.5	oi l	2.2(s, 3f), 4.22(d-t, J=24hz, J=5hz, 2f), 4.65(d-t, J=48hz, J=5hz, 2f), 7.0-7.8(s, 8h)			
62	2-CH ₂ ,3-C1	50.0	oil	2.0(s, 3t), 4.25(d-t, J=24tz, J=5tz, 2t), 4.66(d-t, J=48tz, J=5tz, 2t), 69-7.8(s, 8t)			

(以下余白)

実施例 (化合物0.)	R*	収率	A (7)	게-NMR 8월(CDC1s)
63	OH(OH ₂) ₂	13.9	oil	1.0(d,上715,60,3.2(a,上782,10),4.65-4.6(a,30),4.89(t,上592,10),7.43-8.1(a,50)
64	Ola Ol(Ola)a	20.7	oi 1	0.84(d, 步7胜, 60), 1.9-2.33(a, 150, 2.5(d, 步7胜, 250, 4.0-4.47(a, 36), 4.91(t, 步5胜, 150, 7.45-8.04(a, 56)
65	O=CHO=_ (L)	79.4	81-62	
66	OH=C(OH ₂);	ધ.3	cryst	1.82(broad a,66),4.0-5.26(a,46),6.33(broad a,10),7.45-8.40(a,50)
67	a÷a•⊚(n)	26.2	75-76	
68	Œ,	50.6	85-87	
в	08₃ CI	66.1	oil	4.07(L,1-92,10),4.38(a,20),4.54(a,20),4.59(L,1-92,10),7.5-8.1(a,50)
70	CHC) .	37.0	£3-65	
71	ω,	33.5	84-57	
72	OF ₂ OF ₂ CI	6.0	82-64	·
73	OHC1 CH ₂	90.0	(7-49	
74	Obr(Ob,),	39.8	73-74	
75	7	72.0	αl	0.7-1.12(a,40).2 16-2.6(a,10)4.0-5.15(a,40).7.5-8.25(a,50)
76	₹1)	70.5	र्जा	0.9-1.83(a, 100), 2.76-3.16(a, 10), 4.20(d-t, 1-2282, 1-912, 20), 4.99(d-t, 1-4722, 1-922, 20), 7.4-8.1 (a, 51)
π	_K (H)	76.0	oli	1.0-3.7(a, 100), 4.1(a, 10), 4.3(a, 20), 4.9(a, 10), 7.4-8.1(a, 90)
78	-⊕,	76.0	બ)	0.8-2.2(a, 1010.4.0-5.1(a, 41),7.4-8.25(a, 51)
79	α ક ₃-⊘	50.4	81-82	
80	01₁ √0	38.0	81-62	
81	œ₂-⊙ _d	48.8	97-98.5	
82	OB₂-{(Q)-(A	48.0	94-97	
83	OCH _a	38.3	of ?	3.70(a, 34), 4.08(t, 3-5kz, 110, 4.36(a, 26), 4.99(t, 3-5kz, 110, 7.44-8.2(a, 54)
84	001 ₂ CH ₂	41.3	ilo	1.15(t, 上772, 第), 4.0-5.0(点), 7. 芳-8.1(点))
85	00H2 (B(CH3)3	77.0	ofl	0.8(d.)-78z,610,1.77(a,)-78z,110,3.94(d.)-78z,270.4.13(t.)-78z,130.4.2(broad a,20).4.97(t.)-58z,130.7.4-8.2(a,50)

第4变 (統合)

実施例 (化合物/0.)	R³	収 字 (%)	点 婚 (プ)	H-NMR 6值(CDC1 ₂)
86	OCH₂ CH=CH₂	74.3	oil	4.13(t, J=5tz, 1H), 4.2(a, 2H), 4.01(4, J=6tz, 2H), 4.96(t, J=5tz, 1H), 5.0-5.2(a, 2H), 5.6-6.0(a, 1H), 7.4-8.2(a, 5H)
87	0-∕◎	47.4	oil	4.0-5.2(n, 41), 6.6-8.4(n, 10H)
88	MH-(()	12.0	77-79	
89	~O~	40.5	cryst	4.05(t, J=5tz, 1fl), 4.32(a, 2fl), 4.88(t, J=5tz, 1fl), 7.24(d, J=6tz, 2fl), 7.4~8.0(a, 5fl), 8.65(d, J=6tz, 2fl)
90	<u>-</u> €3	64.1	oil	3.96-4.45(a,2f),4.7(d-t, J-47ftz, J-5ftz, 2f),7.2-8.0(a,7ft),8.33-8.5(a,1ft)
91	-C)-c1	50.5	98~101	
92	7	62.0	oi]	4.40(d-t, J=23tz, J=5tz, 2t), 4.67(d-t, J=48tz, J=5tz, 2t), 6.43-8.15(a, 8t)

実施例 (化合物(0.)	R²	权 率 (%)	魚 塩(3)	H-NMR 8値(CDC1 ₂)
93	CH₂	74.8	oil	2.9(s, 3t), 3.38(d-t, J=26Hz, J=5Hz, 2t), 4.6(d-t, J=48Hz, J=5Hz, 2t), 7.4-7.95(a, 5t)
94	CH ₂ CH ₃	47.0	lio	1.3(t, J=7/tz, 3H), 3.12-3.7(a, 4H), 4.55(d-t, J=48Hz, J=5Hz, 2H), 7.35-8.0(a, 5H)
95	CH(CH ₂) ₂	61.1	oi 1	1.04(d, J=7tz,6H), 3.83(d-t, J=20tz, J=5tz, 2H), 4.07(a, J=7tz, H), 4.59(d-t, J=48tz, J=5tz, 2H), 7.35-8.05(a, SH)
96	대₂ 대⊨대₂	58.0	oi l	3.47(d-t, J=23tz, J=5tz, 23), 3.90(d, J=6tz, 28), 4.55(d-t, J=48tz, J=5tz, 28), 5.05-5.35(n, 28), 5.46-6.0(n, 18), 7.5-8.0(n, 58)
97	$\neg \Box$	78.6	oi l	0.5-1.3(m, 4H), 1.95-2.35(m, H), 3.54(d-t, J=20tz, J=5tz, 2H), 4.62(d-t, J=48Hz, J=5tz, 2H), 7.4-8.1(m, 5H)
98	00H ₂ —(3)	45.0	115~117.5	
99	90₂ — ⊘	77.9	89-90.5	

実施例 (化合物/0.)	х	Υ	仅 平 (%)	点 (3)	H-NMR お値(CDC1=)
100	2-F	2-OF,	20.0	oil	4.13(d-t, J=18Hz, J=5Hz, 2H), 4.68(d-t, J=47Hz, J=5Hz, 2H), 7.10-7.83(n, 8H)
101	3-F	•	20.1	oi l	4.08(d-t, J=23tz, J=5tz, 2t), 4.63(d-t, J=49tz, J=5tz, 2ti), 7.23-7.75(a, 8t)
102	4-F	•	61.9	oil	4.07(d-t, 1=23tz, 1=3tz, 2t), 4.66(d-t, 1=47tz, 1=3tz, 2t), 7.13-8.03(a, 8t)
103	2-F	3-F	70.5	oit	4.0-4.53(a, 37), 4.96(t, 1-572, 11), 7.0-7.93(a, 87)
104	3-F	•	59.6	oil	4.2(d-t, J-247z, J-51z, 26), 4.62(d-t, J-485z, J-51z, 26), 7.05-7.8(a, 81)
105	2-CI	•	77.8	98-100	
106	3 - CI	•	39.7	oil	4.16(d-t, J=24Hz, J=5Hz, 2H).4.69(d-t, J=48Hz, J=5Hz, 2H).7.0-8.0(a, 8H)
107	4 -0	•	41.3	oil	4.18(d-t, J=24Hz, J=5Hz, 2H), 4.71(d-t, J=48Hz, J=5Hz, 2H), 7.03-8.05(n, 8H)
108	3- 0 °,	•	58.0	54-56.5	
109	4-Œ ,	•	80.1	oil	4.22(d-t, J=24tz, J=5tz, 2t). 4.62(d-t, J=46tz, J=5tz, 2t). 7.05-7.6(s, 4t), 7.83(d, J=9tz, 2t), 8.1(d, J=9tz, 2t)
110	2.6-F2	•	72.3	55-57	

(UT en)

本発明の殺虫、殺ダニ剤は、前配合フッ素スル ホンアミド誘導体を有効成分として含有し、本誘 導体のみまたはこれに各種補助剤、例えば希釈剤、 溶剤、界面活性剤等を配合して、乳剤、水和剤、 粉剤、微粒剤または粒剤等に製剤化してなる。希 収剤の例としては、クレー、タルク、ベントナイ ト、珪藻土、ホワイトカーボン等が挙げられる。! **溶剤の例としては、シクロヘキサノン、キシレン、** トルエン、メチルエチルケトン、2-プロパノール、 メチルナフタレン、ジメチルナフタレン等が挙げ られる。界面活性剤の例としては、アルキルベン ゼンスルホン酸金属塩、ポリオキシエチレンアル キルアリールエーテル、アルキル硫酸ナトリンム、 ジナフチルメタンジスルホン酸金属塩、アルキル ナフタレンスルホン酸金属塩、リグニンスルホン 酸金属塩等が挙げられる。その他の補助剤として は、カルポキシメチルセルロース、ポリエチレン グリコール、アラビアゴム等が挙げられる。

有効成分の配合割合については、必要に応じ適 宜選ばれるが、粉剤または粒剤とする場合は、0. 1 ~ 20% (重量)、乳剤または水和剤とする場合は、5 ~ 80% (重量) が適当である。

使用に限しては、適当な過度に希釈して散布するかまたは直接施用する。

本発明の殺虫、殺ダニ剤は、富葉散布、土壌筋用、育苗籍施用または水面施用等により使用することができる。その施用量は、使用される化の物の種類、対象害虫、発生傾向、被害の程度、環境条件、使用する利型等によってかわるが、粉剤および粒剤のようにそのまま使用する場合は、有効成分として10アール当り0.1 g~1 Kg、好ましくは1g~300 gの範囲から遺宜に選ぶのがよい。また乳剤および水和剤とする場合のように液状で使用する場合は、0.1~1,000 ppm、好ましくは10~500 ppmの範囲から適宜に選ぶのがよい。

本発明の殺虫、殺ダニ剤は、他の殺虫剤、殺菌剤を混合して使用することもできる。

次に本発明の収虫、数ダニ剤の実施例を挙げて、 具体的に説明する。以下実施例中の%は、重量百 分率を示す。

実施例111 (乳剂)

化合物 (3) 30%、シクロヘキサノン20%、ポ リオキシエチレンアルキルアリールエーテル11%、 アルキルペンゼンスルホン酸カルシウム4%およ びメチルナフタリン35%を均一に溶解して乳剤と した。

実施例112 (水和剂)

化合物(4)40%、珪富土15%、クレー15%、 ホワイトカーポン25%、ジナフチルメタンジスル ホン酸ナトリウム2%およびリグニンスルホン酸 ナトリウム3%を均一に混合粉砕して水和剤とし

実施例113 (粉剤)

化合物 (69) 2%、珪藻土5%およびクレー93 %を均一に混合粉砕して粉剤とした。

実施例114 (粒剤)

化合物 (92) 5%、ラウリルアルコール硫酸エ ステルのナトリウム塩2%、リクニンスルホン酸 ナトリウム 5 %、カルボキシメチルセルロース 2 %およびクレー86%を均一に混合粉砕する。この

混合物100 重量部に水20重量部を加えて線合し、 押出式造粒機を用いて14~32メッシュの粒状に加 工したのち、乾燥して粒剤とした。

次に本発明の設虫、殺ダニ剤の奏する効果を試 験例をもって説明する。

战股例 1

ナミハダニに対する防除効果試験

10cmlのポットに植えた大豆の1葉期にナミハダ ニを接種し、2日後に供ば化合物の10%水和剤の 100 pp.m 溶液を20mlポットに適注し、処理3,14 日後のナミハダニを飲え防除効率を求めた。この 結果を第7衷に示した。

第7表

化合物电	防除効率 (%)	化合物地	助除効率 (%)	化合物地	防除効率 (%)
2 3 4	91.4	49	100	82	87.4
3	89.3	50	99.7	83	99.7
	100	53	94.9	84	100
5 6 7	96.9	54	99.4	85	89.5
6	95.2	55	95.9	86	96.3
7	97.8	56	95.5	87	93.1
8	95.5	57	100	88	84.5
	99.7	58	99.7	89	99.7
10	86.7	59	99.7	90	98.8
11	99.3	60	100	91	99.5
12	99.4	61	99.3	92	99.3
22	92.3	63	98.9	93	100
23	83.8	65	99.4	94	99.7
29	90.3	66	97.2	95	88.5
31	97.8	67	98.7	96	94.9
36	99.7	68	92.2	97	94.9
37	86	69	94.5	102	91.8
38	100	70	92.9	103	100
39	93.6	71	95.9	104	100
40	93.6	72	88.9	105	96.1
41	100	73	95.6	106	98.9
42	96.2	74	99.6	107	96.8
43	97	75	95.7	108	94
44	95.2	78	87	109	93.7
45	86	79	95.9	110	96.5
47	95.9	80	90.6	対解化合物	,0. ,
48	97.8	81	87.4	~ , m. 16 13 101	0

対照化合物 A は特開昭63-227552号記載化合物 N-(2-7540359)-N-(75475)、*ンセ"ンスルセンスト

新処理区の処理前虫数 処理区の処理後虫数の和 防除効率(%)=(1-×)×100 処理区の処理前虫数 無処理区の処理後虫散の和

試験例2

ワタアブラムシに対する効果

角形ロックウールに植えられたキュウリ苗にワ タアブラムシ雌成虫を接種し、20~30頭産仔させ た後、成虫を取り除いた。供試化合物10%水和剤 の4ppm溶液5gをロックウールに適注し、3 日後の死虫率を求めた。この結果を第8妻に示し t.

第8表

		T	1	Τ	
化合物地	死 虫 率 (%)	化合物地	死 虫 率 (%)	化合物地	死 虫 事 (%)
1	100	40	93	82	100
2	100	42	100	84	91
3	100	57	100	85	100
2 3 4 5 8 9	100	58	100	86	100
5	100	59	100	87	100
8	100	60	86	88	100
9	100	61	100	89	100
10	100	62	100	90	100
11	100	65	100	91	100
12	100	66	100	92	100
14	86	67	100	93	100
16	78	68	100	94	100
18	100	69	100	95	100
19	100	70	100	96	100
20	100	71	100	97	100
21	100	72	100	99	100
22	100	73	100	103	100
23	100	74	100	104	100
25	96	75	100	105	100
26	93	76	100	106	95
27	73	78	100	107	100
29	100	79	100	109	100
30	100	80	95	110	100
36	100	81	94	I	

(以下全白)

第9表

٠,٠٠	•		
化合物池	死 虫 率 (%)	化合物粒	死 虫 率 (%)
4 5 8 10 11 12 19 21 24 26 27 32 34 35 48 57 58 66	95 100 90 100 100 100 100 100 100 100 80 100 100	73 84 89 92 93 94 95 96 97 104 106 108 109 対照化合物	95 100 100 100 100 100 100 100 100 90 90 95 100
68 69 70 71 72	90 100 90 95 85		
34 35 48 57 58 66 68 69 70	100 100 80 100 100 90 90 100 90	109 対照化合物	

対照化合物 A は特開昭63-227552号記報化合物N-(2-フルオロエチル)-N-(フェネチル)へ*ンゼンスルネンアミド (以下

試験例3

コナガに対する殺虫効果

供試化合物に10%水和剤の500 ppm溶液にキ +ベツ葉を浸漬し、風乾後に60ccの塩化ビニー ル製カップに入れ、そこにコナガ3令幼虫を10頭 放ち3日後に死虫率を求めた。この結果を第9妻 に示した。

[発明の効果]

本発明の含ファ素スルホンアミド誘導体は、農 園芸上有害なこん虫類、例えば、アプラムシ、コ ナガ、ニカメイチュウ、ミナミキイロアザミウマ、 トピイロウンカ、セジロウンカおよびツマグロヨ コパイ等のウンカ、ヨコパイ類等、またハダニ類、 例えば、ミカンハダニ、ナミハダニ、リンゴハダ ニ、カンザワハダニ等に対して極めて優れた敦虫 活性を有するとともに、極めて優れた浸透性段虫 話性を有する。さらにカメムシ類等の半翅目、ハ スモンヨトウ等の鯖翅目、イエバエ、アカイエカ 等の双翅目、アズキゾウムシ、コガネムシ類等の 翰翅目、チャパネゴキブリ等の直翅目害虫の防除 にも有効である。

特許出願人 セントラル硝子株式会社 クミアイ化学工業株式会社

代理人



第1頁の続き		
Solution Int. Cl. 5	識別記号	庁内整理番号
A 01 N 43/10 43/40	101 D	8930—4 H 8930—4 H
C 07 C 311/09 311/16		8217—4 H 8217—4 H
311/29 311/48		8217—4H 8217—4H
311/51		8217—4 H 8217—4 H
311/53		8217—4H
311/55 311/58		8217—4H 8217—4H
C 07 D 213/36		8314-4C
213/58 213/82		8314-4C 8314-4C
210/02		ω14 4C
@発明者子	安 英雄	静岡県小笠郡菊川町青葉台2丁目6番9号
@発明者 松	淵 定之	静岡県小笠郡菊川町加茂1809番地
⑩発 明 者 藤	沢 豊一	北海道札幌市西区山の手一条 4丁目 2番10号